

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2002 年 6 月 20 日 (20.06.2002)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 02/48279 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C09K 3/14, (72) 発明者: 伊藤 桂 (ITO, Katsura), 三枝 浩 (SAE-GUSA, Hiroshi), 増田知之 (MASUDA, Tomoyuki), 今井文男 (IMAI, Fumio); 〒399-6461 長野県塩尻市大字宗賀1番地 昭和電工株式会社 塩尻生産・技術統括部内 Nagano (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP01/10850
- (22) 国際出願日: 2001 年 12 月 11 日 (11.12.2001)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2000-378119 2000 年 12 月 12 日 (12.12.2000) JP
特願 2001-107311 2001 年 4 月 5 日 (05.04.2001) JP
- (74) 代理人: 弁理士 福田賢三, 外 (FUKUDA, Kenzo et al.); 〒105-0003 東京都港区西新橋一丁目6番13号 柏屋ビル2F Tokyo (JP).
- (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR).
- (30) 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- (71) 出願人: 昭和電工株式会社 (SHOWA DENKO K.K.) [JP/JP]; 〒105-8518 東京都港区芝大門一丁目13番9号 Tokyo (JP).
2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: ABRASIVE, ABRASIVE SLURRY, AND METHOD FOR MANUFACTURING ABRASIVE

(54) 発明の名称: 研磨材、研磨材スラリー及び研磨材の製造方法

(57) Abstract: An abrasive used for precisely grinding a substrate used in the optics and electronics industries such as a glass substrate of an optical lens, optical disc, magnetic disc, plasma display, liquid crystal, or LSI photomask. The abrasive is composed of abrasive particles such that the ratio D95/D50 of the 95% cumulative average diameter (D95) in terms of volume to the 50% cumulative average diameter (D50) in terms of volume lies in the range from 1.2 to 3.0. Therefore high speed of high precision surface grinding is achieved.

(57) 要約:

光レンズ用、光ディスク用、磁気ディスク用、プラズマディスプレイ用、液晶用又はLSIフォトリソマスク用等のガラス基板を始めとする光学、エレクトロニクス関連基板の精密研磨に用いられる研磨材である。研磨材は体積換算の95%累積平均径(D95)と体積換算の50%累積平均径(D50)の比D95/D50の値が1.2から3.0の範囲である研磨材粒子から成り、高精度の表面研磨を速い研磨速度で達成、維持することができる。

WO 02/48279 A1

明 細 書

研磨材、研磨材スラリー及び研磨材の製造方法

技術分野

本発明は、光学レンズ用、光ディスク用、磁気ディスク用、プラズマディスプレイ用、液晶用又はLSIフォトマスク用等のガラス基板を始めとする光学、エレクトロニクス関連基板の精密研磨に用いる研磨材に関するものであり、特に、研磨レート（研磨速度）等の研磨特性に優れており、かつ、スクラッチ等の表面欠陥をほとんど生じさせずに研磨することができる研磨材及び研磨材スラリー並びに上記研磨材の製造方法に関する。

背景技術

近年、磁気ディスク用ガラス基板、薄膜トランジスタ（TFT）型LCDやねじれネマチック（TN）型LCDなどの液晶用ガラス基板、液晶テレビ用カラーフィルター、LSIフォトマスク用ガラス基板等のエレクトロニクス関連基板分野において、研磨技術は益々重要な地位を占めつつある。

特に磁気ディスク用基板分野においては、軽量化に伴う薄型化や高速回転時のディスクのうねりに耐えうる高い剛性等の機械的特性が要求されるとともに、高記録密度化への要求が非常に高まっている。高記録密度化を達成する目的で磁気ヘッドの磁気ディスク基板に対する浮上高さは非常に小さくなりつつあり、それを達成するために、磁気ディスク基板は鏡面のような平坦性や小さい表面粗さが要求され、かつ表面の微小スクラッチ、微小ピットなどの欠陥が極力無いことが要求される。そのため、高精度に表面研磨することが必要とされる。薄型化、

高い機械的特性あるいは高い記録密度を満足させるために、ガラスの化学組成や製法についても種々の改良がなされている。例えば、ガラス基板としては従来から用いられている化学強化ガラス以外にリチウムシリケートを主成分とする結晶化ガラス基板やクォーツ結晶が大半を占める結晶化ガラス基板も開発されてきているが、これらのガラス基板は非常に加工性が悪く、従来の研磨材による研磨では加工速度が遅く、生産性が悪化する。

ガラス基板の表面研磨に用いられる研磨材としては、酸化鉄や酸化ジルコニウムあるいは二酸化珪素に比べて研磨速度が数倍優れているとの理由から、希土類酸化物、特に酸化セリウムを主成分とする研磨材が用いられており、一般的には砥粒を水等の液体に分散させて使用する。研磨材を用いて表面研磨を行う際には、前述の高精度な表面研磨性能と共に高い研磨速度を両立させることが要求されている。

研磨材として酸化セリウムを用いた場合に、研磨速度を速くするための方策が種々開示されており、例えば日本特公昭38-3643号公報においては、酸化セリウム等にコロイド状シリカやアルミナ等を添加する研磨方法が示されており、日本特開平3-146585号公報においては、酸化セリウムを主成分とする研磨材に塩化マグネシウムを含有させた研磨材が開示されている。しかし、このような異粒子ゾルを添加すると表面スクラッチあるいはピットの増加につながり、高い表面精度を達成することができない。

また、高い表面精度を達成するために、例えば日本特開平8-3541号公報においては、2以上のカルボキシル基を有する有機酸を含有したアルカリ性酸化第二セリウムゾルからなる研磨材が示されており、また、日本特開平8-41443号公報においては、平均粒径が0.1~10 μ mの研磨材を2~

30 質量部、アルキル硫酸塩及び／又はポリオキシエチレンモノ脂肪酸エステルを1～20質量部含む研磨組成物を開示している。こうした方法により、ある程度の高精度の達成と研磨力の両立は可能であるが、研磨粒子とは別に有機物を相当量添加しなくてはならないので、コストの増加につながるだけでなく安定した品質の達成が困難であるという問題点があった。

本発明は上記問題点を解決すべくなされたものであり、本発明の目的は、エレクトロニクス関連の基板等の精密研磨において、表面平坦性が高く、表面粗さが小さく、表面の微小スクラッチや微小ピット等をほとんど生じさせないような精度の高い表面研磨を達成しつつ、かつ、速い研磨速度を達成することができる研磨材、研磨材スラリー及び研磨材の製造方法を提供することにある。

15 発明の開示

この発明に依る研磨材は、体積換算の95%累積平均径(D95)と体積換算の50%累積平均径(D50)の比(D95/D50)の値が、1.2から3.0の範囲にあることから成る。

20 上記研磨粒子は、体積換算の95%累積平均径(D95)が0.1～1.5 μm の範囲内であり、かつ体積換算の50%累積平均径(D50)の10倍を越える粗大粒子を、全粒子質量当たり1質量%以下の範囲で含んだ研磨材粒子を含む。

また、上記研磨材粒子は、その平均径(D50)が、0.0
25 1～10 μm の範囲内のものを含む。

上記研磨材は、その比表面積が1～50 m^2/g の範囲内であること含む。

上記研磨材の主成分は、酸化セリウム、酸化珪素、酸化鉄、

酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化クロム、酸化マンガン、炭化珪素又はダイヤモンドからなり、特に酸化セリウム、酸化珪素、酸化鉄、酸化アルミニウム又は酸化チタンであることが好ましいことを含む。

- 5 上記酸化セリウムは、炭酸希土塩を出発原料として製造された酸化セリウムであることを含む。

上記研磨材の主成分は、研磨材中に50質量%以上含有する研磨材を含む。

- 10 本発明に依る研磨材スラリーは、上記研磨材を1～50質量%の範囲内で含むことから成り、上記スラリーの溶媒は、水、炭素数1～1.0の1価アルコール類、グリコール類、炭素数1～1.0の多価アルコール、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、テトラヒドロフランおよびジオキサンを含む。

上記研磨材スラリーのpHは、10より大きいことを含む。

- 15 上記研磨材濃度20質量%の研磨材スラリーは、20℃における電気伝導度が2mS/cm以上、好ましくは、3mS/cm以上であることを含む。

- 20 研磨材スラリー中に界面活性剤を含むことを含み、上記界面活性剤が、アニオン系界面活性剤又はノニオン系界面活性剤からなり、上記アニオン系界面活性剤が、カルボン酸塩、スルホン酸塩、硫酸エステル塩、リン酸エステル塩の低分子の化合物又は高分子型化合物であることを含み、上記ノニオン系界面活性剤が、ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル又はポリオキシエチレン脂
25 肪酸エステルであることを含む。

上記研磨材スラリーは、リン酸塩、セルロースエーテル類又は水溶性高分子を含んでいることを含む。

更にこの発明に依る研磨材の製造方法は、上記研磨材スラリーを乾燥させる工程と粉碎する工程とを含み、上記研磨材スラリーの乾燥工程に、媒体流動乾燥機または噴霧乾燥機を用いることを含み、上記研磨材スラリーを媒体流動乾燥機の媒体流動層中に供給するか、または噴霧器乾燥機の熱風に噴霧して乾燥することを含む。

また、この発明は、上記の研磨材スラリーを用いた被研磨材の研磨方法を含み、上記被研磨物が、光学レンズ用ガラス基板、光ディスク用ガラス基板、プラズマディスプレイ用ガラス基板、液晶用ガラス基板、液晶テレビ用からフィルター、LSIフォトマスク用ガラス基板又は磁気ディスク用ガラス基板であることを含む。

更にこの発明は、本発明の研磨材を用いて研磨した表面粗さ(Ra)が4.7オングストローム以下であり、潜傷の相対本数が55本以下である磁気ディスク用ガラス基板を含む。

上記の如く、本発明の研磨材に用いられる研磨材粒子を、体積換算の95%累積平均径(D95)と体積換算の50%累積平均径(D50)の比(D95/D50)の値が、1.2から3.0の範囲とすることにより、理由は明らかでないが、研磨材中の大きな粒径の粒子が高い研磨速度を維持し、小さな粒径の粒子が表面の粗さを非常に小さくし、表面の微小スクラッチや微小ピット等を殆ど生じさせないエレクトロニクス関連で要求されている高精度の研磨面を速い研磨速度を維持して得ることができる。

25

発明を実施するための最良の形態

本発明の研磨材で用いられる研磨材粒子は、体積換算の95%累積平均径(D95)と体積換算の50%累積平均径(D

50) の比の値が、 $D_{95} / D_{50} = 1.2 \sim 3.0$ の範囲内であり、好ましくは $1.3 \sim 2.6$ 、さらに好ましくは $1.5 \sim 2.3$ の範囲内である。 D_{95} / D_{50} が 1.2 未満になると、望ましい研磨レートを発揮することができなくなり、粉砕技術上の困難さが増大して安定した製造が期待できなくなる。

5 一方、 D_{95} / D_{50} が 3.0 より大きいと、表面欠陥のほとんどない被研磨体を得ることが困難になるからである。すなわち、被研磨体の表面が極めて平坦であることや表面粗さが非常に小さいこと、また、表面に微小スクラッチや微小ピットがほとんど発生しない表面状態を満足することができなくなる。

10

本発明の研磨材に含まれる上記体積換算の 95% 累積平均径 (D_{95}) は、 $0.1 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の範囲の粒子が好適であり、体積換算の 50% 累積平均径 (D_{50}) の 10 倍を越える粗大粒子を、全粒子質量あたり 1 質量% 以下、好ましくは 0.5 質量% 以下、さらに好ましくは $0.5 \sim 0.001$ 質量% の範囲で含んだものである。

15

本発明において、研磨材の平均粒径 (D_{50}) は $0.01 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.05 \mu\text{m} \sim 5 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.1 \mu\text{m} \sim 2 \mu\text{m}$ 、最も好ましくは $0.1 \mu\text{m} \sim 1.5 \mu\text{m}$ の範囲内であることが望ましい。平均粒径が $0.01 \mu\text{m}$ 未満であると十分な速度の研磨レートを得ることが難しくなり、 $10 \mu\text{m}$ を越えると被研磨体の表面にスクラッチが発生しやすくなったり、スラリーとして用いたとき、沈降の問題が生じやすくなる。

20

上記粗大粒子が全粒子質量あたり 1 質量% を越えると、表面欠陥のほとんどない被研磨体を得ることが困難になる。すなわち、被研磨体の表面が極めて平坦であることや表面粗さが非常に小さいこと、また、表面に微小スクラッチや微小ピットがほとんど発生しない表面状態を満足することができなくなる。

25

かかる粗大粒子の含有率を求めるには、例えば、研磨材の一部を取り出し、 D_{50} の10倍の粒径に相当する粒径を基準にして遠心力や遠心時間などの遠心沈降条件を設定し、かかる遠心沈降条件で遠心分離を繰り返し行って、かかる粗大粒子を取り出し、含有量を求める方法や、市販の粗大粒子計測器を用いて含有率を求める方法等を適用することができる。

ここで、体積換算の95%累積平均径(D_{95})とは、体積換算で示された粒度分布において、粒度の小さい方から積算して95%となるまでに含まれる粒子の平均粒径の値である。また、体積換算の50%累積平均径(D_{50})とは、粒度の小さい方から積算して50%となるまでに含まれる粒子の平均粒径である。

本発明において、100%累積平均径(D_{100})ではなく、前記体積換算の95%累積平均径(D_{95})を採用するのは、100%累積には長時間を要するが、95%累積ならば簡便に測定できること、また、實際上、 D_{100} の代わりに D_{95} を採用しても問題がないこと等の理由から、理想上の100%累積平均径(D_{100})の代替として D_{95} を採用するものである。

D_{95}/D_{50} の比が1に近い値である場合には、研磨材粒子はより単一分散性が高いと言える。本発明の研磨材で用いられる研磨材粒子は、 D_{95}/D_{50} の比が1.2～3.0の範囲内であり、より単一分散性が高い研磨材粒子と言える。なお、体積換算で示された粒度分布は、例えばレーザー回折方式の粒度分布測定装置、動的光散乱方式や光子相関法等を用いた粒度分布測定装置を使用して体積換算の粒度分布を求めることができる。

上記構成の研磨材を採用することによって、何故高精度の表面研磨を高速度で維持、達成されるのか、その理由は明らかで

はないが、研磨材中の粒径の大きい粒子の粒径と量、すなわち粒度分布の粒径の大きい側の分布が研磨速度及び研磨精度を大きく支配しており、かつ、スラリーのpHが研磨粒子表面の水酸基と研磨ガラス表面の水酸基とが反応することが研磨上で重要な因子となっているものと考えられる。

本発明の研磨材を構成する研磨材は、その主成分が酸化セリウム、酸化珪素、酸化鉄、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化マンガン、酸化クロム、炭化珪素、ダイヤモンドのうちから選ばれた少なくとも一種であることが好ましい。

さらに望ましくは、本発明の研磨材を構成する研磨材は、その主成分が酸化セリウム、酸化珪素、酸化鉄、酸化アルミニウム、酸化チタンのうちから選ばれた少なくとも一種であることが好ましい。

これらのうち少なくとも一種の主成分の含有量は好ましくは50質量%以上、さらには70質量%がより好ましい。この場合、残量成分には特に制限はない。

また、本発明においては、前記研磨材成分の中から、特に酸化セリウムを主成分とすることが好ましく、さらには炭酸希土塩を出発原料として製造された酸化セリウムを主成分とすることが望ましい。この製造方法から製造された酸化セリウムを主成分とする研磨材には、好ましくは酸化セリウム含量が50質量%以上、さらには70質量%以上含有しているのがより好ましい。炭酸希土塩は、アルカリ金属等の希土類以外の成分の含有量が低減された、セリウムを主成分とする軽希土類化合物の一種として利用される。

上記出発原料として用いられる炭酸希土塩は、天然に存在する、セリウム、ランタン、プラセオジウム及びネオジウム等を多く含む希土精鉱を粉碎した後、アルカリ金属及びアルカリ土類金属、放射性物質等の希土類以外の成分を化学的に分離除去した

後、重炭酸アンモニウムやシュウ酸などで炭酸塩とすることで得られる。

- 得られた炭酸塩を電気炉等で約 500°C ～ 約 1200°C で焼成した後、焼成粉を粉砕することにより、酸化セリウムを主成分とする出発原料焼成粉を得ることができる。

上記焼成条件で最終的に得られる研磨材の比表面積の数値を判断することができ、比表面積が $1 \sim 50 \text{ m}^2/\text{g}$ の範囲であることが好ましく、さらには $2 \sim 20 \text{ m}^2/\text{g}$ の範囲であることが特に好ましい。

- 上記出発原料の焼成条件、粉砕条件等を適宜選択して製造することにより、本発明の効果を発揮しうる特定の粒度分布を有する研磨材を得ることができる。

- 上記研磨材を含有させたスラリーの製造方法は、上記焼成粉を水や水溶性有機溶媒等に分散させ、次いで湿式粉砕を行う方法でもよいし、あるいは、上記焼成粉を乾式粉砕した後、得られた粉末を水や水溶性有機溶媒に湿式分散させる方法でもよい。ただし本発明においては、例えばボールミルを用いた湿式粉砕プロセスを経ることが望ましい。上記湿式粉砕、乾式粉砕いずれの場合でも、粉砕した粉末は体積換算の 95% 累積平均径 (D_{95}) と体積換算の 50% 累積平均径 (D_{50}) の比の値が、 $D_{95}/D_{50} = 1.2 \sim 3.0$ の範囲内になるようにする。

- 上記水溶性有機溶媒としては、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール等の炭素数が 1 乃至 10 の 1 価アルコール類、エチレングリコール、グリセリン等の炭素数 3 乃至 10 の多価アルコール、アセトン、ジメチルスルホキシド (DMSO)、ジメチルホルムアミド (DMF)、テトラヒドロフラン、ジオキサン等が挙げられる。

本発明において、研磨材スラリーの研磨材濃度 (スラリー濃

度)は1～50質量%、好ましくは5～40質量%、さらに好ましくは10～30質量%であることが望ましい。研磨材の量がスラリー中、1質量%を下回ると十分な研磨性能を発揮させることが難しくなり、50質量%を越えるとスラリーの粘度が上昇して流動性が悪くなるので製造上の問題が発生しやすくなり、かつ過剰な研磨材を使用することになるので不経済でもある。

本発明の研磨材スラリーは、好ましくはpHが10を越えることが必要であり、さらに望ましくはpHが11を越えることが必要である。pHが10以下であると、望ましい研磨レートを発揮することができなくなる。

本発明においては、研磨材スラリーの20℃における電気伝導度は、2 mS / cm以上、より好ましくは3 mS / cm以上であることが望ましい。電気伝導度が2 mS / cm以上であれば、所望の研磨性能(基板の表面粗さ、スクラッチ、表面欠陥等)を得ることができる。

本発明においては、研磨材スラリー中に分散剤として界面活性剤が含まれていることが望ましい。本発明に好ましく用いられる界面活性剤としては、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤、ノニオン系界面活性剤等や両性イオン界面活性剤が挙げられ、これらは単独で用いても2種以上を混合して用いてもよい。中でも、本発明においては、アニオン系界面活性剤やノニオン系界面活性剤等が好ましい。

アニオン系界面活性剤としては、公知のカルボン酸塩(石鹼、N-アシルアミノ酸塩、アルキルエーテルカルボン酸塩、アシル化ペプチド等)、スルホン酸塩(アルカンスルホン酸塩、(アルキルベンゼンスルホン酸塩も含む)およびアルキルナフタレンスルホン酸塩、スルホコハク酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、N-アシルスルホン酸塩等)、硫酸エステル塩(硫酸化

油、アルキル硫酸塩、アルキルエーテル硫酸塩、アルキルアリ
ルエーテル硫酸塩、アルキルアミド硫酸塩等）、燐酸エステル
塩（アルキル燐酸塩、アルキルエーテル燐酸塩、アルキルアリ
ルエーテル燐酸塩等）から選ばれ、低分子の化合物や高分子型
5 化合物も含まれる。ここで、塩とはLi塩、Na塩、K塩、R
b塩、Cs塩、アンモニウム塩及びH型の少なくとも1種から
選ばれる。

例えば、石鹼としては、炭素数がC12～C18の脂肪酸塩
であり、一般には脂肪酸基としては、ラウリル酸、ミリスチン
10 酸、パルミチン酸、ステアリン酸が挙げられ、N-アシルアミ
ノ酸塩としては、炭素数がC12～C18のN-アシル-N-
メチルグリシン塩やN-アシルグルタミン酸塩が挙げられる。
アルキルエーテルカルボン酸塩としては、炭素数がC6～C1
8の化合物が挙げられ、アシル化ペプチドとしては、炭素数が
15 C12～C18の化合物が挙げられる。スルホン酸塩としては、
炭素数がC6～C18の前記化合物が挙げられ、例えばアルカ
ンスルホン酸では、ラウリルスルホン酸、ジオクチルサクシン
スルホン酸、ベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン
酸、ミリスチルスルホン酸、ケリルベンゼンスルホン酸、ステ
20 アリルスルホン酸等が挙げられる。硫酸エステル塩としては、
炭素数がC6～C18の前記化合物が挙げられ、例えばラウリ
ル硫酸、ジオクチルサクシン硫酸、ミリスチル硫酸、ステアリ
ル硫酸等のアルキル硫酸塩、燐酸エステル塩としては、炭素数
がC8～C18の前記化合物が挙げられる。また、ノニオン系
25 界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンアルキルフ
ェノールエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポ
リオキシエチレン脂肪酸エステル等が挙げられる。さらには前
記アニオン系界面活性剤やノニオン系界面活性剤以外に公知
のフッ素系界面活性剤が使用できる。

高分子型界面活性剤には、特殊ポリカルボン酸型化合物（花王（株）製、商品名：ポイズ 530）も例示できる。

さらに本発明の研磨材スラリーには、上記界面活性剤以外に、スラリーの沈降防止あるいは安定性向上を図るために、必要に応じてトリポリリン酸塩のような高分子分散剤、ヘキサメタリン酸塩等のリン酸塩、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等のセルロースエーテル類、ポリビニルアルコール等の水溶性高分子などの添加剤を添加することもできる。これらの添加剤の添加量は、研磨材に対して、0.05～20質量%の範囲内であることが一般的に好ましく、特に好ましくは0.1～10質量%の範囲である。

本発明の研磨材は、本発明の研磨材スラリーを乾燥することにより得ることができる。乾燥方法としては、スラリー中に含まれる研磨材が乾燥過程で二次凝集を起こさないような手段であれば特に限定されるものではないが、研磨材が二次凝集を起こしにくい型式の乾燥機を用いることが好ましく、例えば、媒体流動型乾燥機または噴霧乾燥機を用いることが望ましい。ここで、媒体流動型乾燥機とはアルミナ製あるいはジルコニア製の媒体球を熱風で流動化して得られる媒体流動層中に研磨材スラリーを供給し、乾燥を行う型式の乾燥機であり、噴霧乾燥機とは二流体ノズル等を用いて熱風中に研磨材スラリーを噴霧することで乾燥を行う型式のものである。こうした乾燥手段を経ることで、再分散性に優れ良好な研磨性能を発揮する研磨微粉を得ることができる。

本発明の研磨材は、前記スラリー用の溶媒系に所望の濃度で分散して本発明の研磨材スラリーへ戻すことができる。

本発明の研磨材スラリーは、一般に使用する基板には制限されないが、好ましくは、光学レンズ用ガラス基板、光ディスクや磁気ディスク用ガラス基板、プラズマディスプレイ用ガラス

基板、薄膜トランジスタ（TFT）型LCDやねじれネマチック（TN）型LCDなどの液晶用ガラス基板、液晶テレビ用カラーフィルター、LSIフォトリソマスク用等のガラス基板などの、各種光学、エレクトロニクス関連ガラス材料や一般のガラス製品等の仕上げ研磨に用いられる。

本発明の研磨材スラリーは、特に磁気ディスク用ガラス基板に好ましく使用できる。磁気ディスク用ガラス基板は、高剛性で薄型化に対応できる上に対衝撃性が高い等のメリットを生かした基板として注目されており、その基板のガラス材料は、化学強化ガラスと結晶化ガラスに大別されている。これらの材料はいずれもガラス本来の脆いという欠点を克服するために強化処理を施したものである。通常、ガラス表面の傷の存在は機械的強度を大きく損なうため、ディスク信頼性向上の点からイオン交換による化学強化処理が施されている。すなわち、ガラス基板（原板）をアルカリ溶融塩中に浸し、ガラス表面のアルカリイオンと溶融塩中のより大きなイオンとを交換することで、ガラスの表面層に圧縮応力歪み層を形成して、破壊強度を大幅に増加させたものである。このような化学強化されたガラス基板は、ガラス内部からのアルカリ溶出が抑えられており、このように化学強化されたHD向け基板材料に対しても、本発明の研磨材スラリーは高い研磨性能（基板の表面粗さ、スクラッチ、表面欠陥等）を得ることができる。好ましく使用されるHD用ガラス基板としては、 Li^+ と Na^+ を含むアルミノシリケートガラス基板、 K^+ と Na^+ を含むソーダライムガラス基板や結晶化ガラスが挙げられる。

以下に実施例を用いて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

実施例 1

市販の粗炭酸希土粉末（灼熱減量：55.8%）を4kg用

い、箱形電気炉で焼成を行った。焼成条件は昇温速度を $1.7^{\circ}\text{C}/\text{分}$ とし、焼成温度が 900°C で保持時間を2時間とした。焼成後の粉末中に含まれる元素を分析したところ、希土類元素の含有率が99質量%であり、希土類元素のうちに含まれる酸化セリウム濃度は60質量%であった。また、得られた焼成粉の比表面積をBET法の比表面積測定装置で求めたところ、 $10\text{ m}^2/\text{g}$ であった。

焼成して得られた焼成粉 1.7 kg を純水 2.5 kg 中に投入して攪拌し、次いで、分散剤としてアニオン系界面活性剤（ポリカルボン酸型界面活性剤、商品名「花王ポイズ530」、花王（株）製）を 34 g （焼成粉に対して2質量%に該当）添加して攪拌を行い、スラリーを作製した。得られたスラリーを湿式粉砕機に通して循環しながら2.5時間湿式粉砕処理を行った後、スラリーに純水を添加して濃度が20質量%の研磨材スラリーを 8 kg 得た。得られた研磨材スラリーの 20.5°C における電気伝導度は $3.5\text{ mS}/\text{cm}$ であった。

得られた研磨材スラリーの一部を用い、レーザー回折式粒度分布測定器（CILAS社製、「HR850」）で測定したところ、体積換算の50%累積平均粒径（ D_{50} ）は $0.55\text{ }\mu\text{m}$ であり、かつ体積換算の95%累積平均径（ D_{95} ）は $0.8\text{ }\mu\text{m}$ であり、 D_{95}/D_{50} 比は1.5であった。また体積換算の50%累積平均径（ D_{50} ）の10倍である $5.5\text{ }\mu\text{m}$ を越える粗大粒子の含有率は、全粒子質量あたり、0.72質量%であった。

次いで、得られた研磨材スラリーを用いて、下記に示す被加工物の研磨を行った。ただし、研磨機は4ウェイタイプ両面研磨機（不二越機械工業（株）製「5B型」）を用い、研磨パッドはスウードタイプのパッド（ロデール製、「ポリテックスDG」）を用いた。また、スラリー供給速度は $60\text{ ml}/\text{mi}$

n、下 定 盤 回 転 数 は 9 0 r p m、加 工 圧 力 は 7 5 g / c m²、
研 磨 時 間 は 1 0 m i n で 研 磨 を 実 施 し た。研 磨 後、強 化 ガ ラ ス
基 板 を 研 磨 機 よ り 取 り 出 し、純 水 を 用 い て 超 音 波 洗 浄 を 行 い、
そ の 後、乾 燥 さ せ て 以 下 の 評 価 を 行 っ た。そ の 結 果 を 表 2 に 示
す。

な お、被 加 工 物（被 研 磨 体）と し て は、あ ら か じ め 市 販 の 酸
化 セ リ ウ ム 系 研 磨 材（東 北 金 属 化 学（株）製、「R O X H -
1」）で 研 磨 し て お い た、磁 気 デ ィ ス ク 用 の 2 . 5 イ ン チ の ア
ル ミ ノ シ リ ケ ー ト を 主 成 分 と す る 強 化 ガ ラ ス 基 板（表 面 粗 さ R
a = 9 Å）を 用 い た。

被 加 工 物 の 評 価：

（ 1 ） 表 面 粗 さ（R a）

ラン ク テ ー ラ ー ホ ブ ソ ン 社 製 の 接 触 式 表 面 粗 さ 計「タ リ ス テ
ッ プ」又 は「タ リ デ ー タ 2 0 0 0」を 用 い て、ガ ラ ス 基 板 表 面
の 表 面 粗 さ（R a）を 測 定 し た。

（ 2 ） 表 面 欠 陥

微 分 干 渉 顕 微 鏡 を 用 い て ガ ラ ス 基 板 表 面 を 観 察 し、表 面 の 付
着 状 態、ピ ッ ト、ス ク ラ ッ チ の 発 生 の 有 無 等 を 調 べ た。ス ク ラ
ッ チ の 評 価 は ガ ラ ス 基 板 表 面 に 発 生 し た ス ク ラ ッ チ の 本 数 で
示 し、表 面 欠 陥 の 評 価 は 3 段 階 の 相 対 的 な 評 価 で 行 い、ピ ッ ト
の 発 生 が ほ と ん ど な く 表 面 状 態 が 良 好 で あ る 場 合 に は「○」、
や や ピ ッ ト

の 発 生 が あ り、実 用 上 問 題 で あ る 場 合 を「△」、表 面 状 態 が 非
常 に 悪 い 場 合 を「×」で 示 し た。

（ 3 ） 研 磨 レ ー ト

研 磨 前 後 に お け る ガ ラ ス 基 板 の 重 量 変 化 か ら 研 磨 レ ー ト（μ
m / m i n）を 求 め た。

実 施 例 2 ～ 7

実 施 例 1 に お い て、焼 成 条 件 及 び 湿 式 粉 碎 機 の 運 転 条 件 を 適

宜調節することにより、それぞれ表 1 に示す D 5 0、D 9 5 及び粗大粒子の含有率となるように変更した以外は実施例 1 と同様にして、研磨材スラリーを製造し、評価を行った。その結果を表 2 に示す。

5 実施例 8 ～ 9

実施例 1 において、スラリー濃度を表 1 に示すように 1 0 質量%（表中では質量%を w t %と記す）又は 4 0 質量%にそれぞれ変更した以外は実施例 1 と同様にして、研磨材スラリーを製造し、評価を行った。その結果を表 2 に示す。

10 実施例 1 0 ～ 1 1

実施例 1 において、分散剤の添加量を表 1 に示すように変更した以外は実施例 1 と同様にして、研磨材スラリーを製造し、評価を行った。その結果を表 2 に示す。

比較例 1

15 実施例 1 において、湿式粉碎における粉碎時間を 1 時間で停止した以外は、実施例 1 と同様にして、研磨材スラリーを製造した。得られた焼成粉の D 5 0 は 0 . 5 5 μ m、D 9 5 は 1 . 8 μ m、粉碎後 2 0 質量%に濃度調整したうえでの p H は 1 1 . 9 であった。

20 得られた研磨材スラリーを用いて、実施例 1 と同様にして評価を行った。その結果を表 2 に示す。

比較例 2 ～ 6

25 実施例 1 において、焼成条件及び湿式粉碎条件を適宜調節して、それぞれ表 1 に示す B E T 比表面積、D 5 0、D 9 5 及び粗大粒子の含有率となるように変更した以外は実施例 1 と同様にして、研磨材スラリーを製造し、評価を行った。その結果を表 2 に示す。

実施例 1 2

実施例 1 において、炭酸希土の代わりに市販の高純度酸化セ

リウムを用い、実施例 1 と同様にして焼成を行ってセリア純度 97% の高純度酸化セリウムを得た。得られた焼成粉の比表面積は $12 \text{ m}^2/\text{g}$ であった。

この粉末 1.7 kg を純度 2.5 kg 中に投入し、さらに分散剤 3.4 g (商品名「花王ポイズ 530」) と 10% アンモニア水 10 g を投入して攪拌を行いスラリーを作製した。得られたスラリーから実施例 1 と同様にして研磨材スラリーを作製し、実施例 1 と同様の評価を行った。その結果を表 2 に示す。

実施例 13, 14

10 実施例 12 において、表 1 に示すように、高純度炭酸セリウムの代わりに酸化鉄 (Fe_2O_3)、酸化珪素 (SiO_2) をそれぞれ用いて研磨材スラリーを作製した。pH はカセイソーダを添加して調製し、BET 比表面積、 $\text{D}_{95}/\text{D}_{50}$ 等は表 1 に示す値であった。また、実施例 12 と同様に評価を行った。

15 その結果を表 2 に示す。

実施例 15

実施例 1 と同様な方法で得られた酸化セリウムの研磨材スラリー (アニオン系界面活性剤入り) を、媒体流動型乾燥機で乾燥して研磨微粉を得た。即ち、研磨材スラリーを、 $\phi 2 \text{ mm}$ ジルコニアボールを 20 kg 投入したスラリードライヤ (日本国株式会社大川原製作所製、SFD-05 型機) にその供給量を制御しながら投入して、乾燥させ、研磨微粉を得た。この研磨微粉を水中に 10 質量% の濃度で分散させ、1 時間攪拌後、

20 さらに超音波を 10 分照射した後、 $20 \mu\text{m}$ マイクロシブを通過させ、その篩上に残存した粒子の重量を測定して、凝集状態を調査した。その結果、篩上には投入した研磨微粉の 5 質量% の微粉体しか残らず、再現性よく酸化セリウムの研磨材スラリーを得た。

25

表 1

	使用原料	焼成粉 B E T	粉碎粒度 (μ m)			粗大粒子 含有量 (wt%)	スラリー 濃度 (wt%)	分散剤 添加量 (wt%)	スラリー p H
			D ₅₀	D ₉₅	D ₉₅ /D ₅₀				
実施例 1	炭酸希土	10m ² /g	0.55	0.85	1.5	0.72	20	2	12.1
実施例 2	炭酸希土	10	0.55	1.20	2.2	0.88	20	2	12.3
実施例 3	炭酸希土	10	0.55	0.70	1.3	0.68	20	2	12.1
実施例 4	炭酸希土	10	0.80	1.50	1.9	0.92	20	2	12.2
実施例 5	炭酸希土	10	0.40	1.00	2.5	0.82	20	2	12.4
実施例 6	炭酸希土	5	0.59	0.92	1.6	0.70	20	2	12.1
実施例 7	炭酸希土	7	0.57	0.88	1.5	0.72	20	2	12.3
実施例 8	炭酸希土	10	0.55	0.85	1.5	0.78	10	2	12.3
実施例 9	炭酸希土	10	0.55	0.85	1.5	0.69	40	2	12.2
実施例10	炭酸希土	10	0.55	0.85	1.5	0.77	20	1	12.2
実施例11	炭酸希土	10	0.55	0.85	1.5	0.86	20	5	12.1
実施例12	高純度CeO ₂	12	0.57	0.77	1.35		20	2.0	10.1
実施例13	Fe ₂ O ₃	15	0.25	0.49	2.0		20	2.5	10.5
実施例14	SiO ₂	40	0.11	0.28	2.5		20	3	10.2
比較例 1	炭酸希土	10	0.55	1.80	3.3	1.24	20	2	11.9
比較例 2	炭酸希土	2	1.20	3.8	3.2	2.15	20	2	11.8
比較例 3	炭酸希土	2	0.80	3.1	3.9	1.30	20	2	11.8
比較例 4	炭酸希土	22	0.50	2.5	5.0	1.22	20	2	10.2
比較例 5	炭酸希土	22	0.54	1.7	3.1	1.78	20	1	9.6
比較例 6	炭酸希土	10	0.55	0.63	1.1	2.50	20	無し	8.5

表 2

	スラリー 伝導率 (mS/cm)	研磨レート (μ m/min)	表面の粗さ Ra (Å)	潜傷 相対本数 (本数/枚)	表面欠陥 相対評価
実施例 1	3.5	0.71	4.2	30	○
実施例 2	3.5	0.75	4.3	35	○
実施例 3	3.5	0.70	4.1	27	○
実施例 4	3.5	0.82	4.4	40	○
実施例 5	3.4	0.70	4.2	33	○
実施例 6	3.6	0.80	4.5	30	○
実施例 7	3.5	0.76	4.3	30	○
実施例 8	3.6	0.72	4.2	30	○
実施例 9	3.5	0.71	4.2	32	○
実施例 10	3.1	0.70	4.2	33	○
実施例 11	3.6	0.68	4.1	34	○
実施例 12	3.3	0.73	4.0	22	○
実施例 13	3.6	0.49	4.7	55	○
実施例 14	3.2	0.31	2.5	18	○
比較例 1	2.8	0.76	4.7	105	×
比較例 2	2.8	0.85	5.2	150	×
比較例 3	2.8	0.83	5.0	130	×
比較例 4	2.6	0.63	4.7	39	△
比較例 5	2.1	0.78	5.5	120	×
比較例 6	1.8	測定不可	測定不可	測定不可	×

表 1 及び表 2 から明らかなように、実施例 1 ～ 1 4 の研磨材スラリーを用いて研磨した場合には、研磨レートが速く、かつ、表面粗さが小さく、スクラッチや表面欠陥のない良好な研磨表面を実現することができた。

- 5 一方、比較例 1 ～ 6 の研磨材スラリーを用いて研磨した場合には、表面粗さ、スクラッチの発生または表面欠陥のいずれかが良好でなく、精度の高い研磨表面を実現することはできなかった。また、比較例 2 及び 3 の研磨材スラリーを用いて研磨した場合には、研磨レートが遅いことが分かった。

10

産業上の利用可能性

- 15 以上詳しく説明したように、本発明によれば、エレクトロニクス関連の基板、特に磁気ディスク用のガラス基板等の精密研磨において、表面平坦性が高く、表面粗さが小さく、表面の微小スクラッチや微小ピット等をほとんど生じさせないような精度の高い表面研磨を達成しつつ、かつ、速い研磨速度を達成、維持することができる研磨材及び研磨材スラリーを提供することができる。

請 求 の 範 囲

1. 体積換算の95%累積平均径(D_{95})と体積換算の50%累積平均径(D_{50})の比(D_{95}/D_{50})の値が、1.2
5 ~ 3.0の範囲内である研磨材粒子から成ることを特徴とする研磨材。
2. 体積換算の95%累積平均径(D_{95})が0.1~1.5
 μm の範囲内であり、かつ体積換算の50%累積平均径(D_{50})の10倍を越える粗大粒子を、全粒子質量当たり1質量%
10 以下の範囲で含んだ研磨材粒子から成ることを特徴とする研磨材。
3. 研磨材粒子の平均粒径(D_{50})が、0.01~10 μm
の範囲内であることを特徴とする請求の範囲第1項または第2項に記載の研磨材。
- 15 4. 研磨材の比表面積が1~50 m^2/g の範囲内であることを特徴とする請求の範囲第1項~3項のいずれか一項に記載の研磨材。
5. 研磨材は、その主成分が酸化セリウム、酸化珪素、酸化鉄、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化クロム、酸化マンガン、
20 炭化珪素、ダイヤモンドからなる群のうち少なくとも一つであることを特徴とする請求の範囲第1項~4項のいずれか1項に記載の研磨材。
6. 研磨材は、その主成分が酸化セリウム、酸化珪素、酸化鉄、酸化アルミニウムおよび酸化チタンからなる群のうち少なく
25 とも一つであることを特徴とする請求の範囲第1項~4項のいずれか1項に記載の研磨材。
7. 研磨材は、その主成分が炭酸希土塩を出発原料として製造

された酸化セリウムであることを特徴とする請求の範囲第1項～4項のいずれか1項に記載の研磨材。

8. 研磨材は、その主成分を研磨材中に50質量%以上含有することを特徴とする請求の範囲第5項～7項のいずれか一項に記載の研磨材。

9. 請求の範囲第1項～8項のいずれか一項に記載の研磨材を1～50質量%の範囲内で含み、溶媒を含むことを特徴とする研磨材スラリー。

10. 上記スラリーの溶媒は、水、炭素数1～10の1価アルコール類、グリコール類、炭素数1～10の多価アルコール、ジメチルスルホキシド、ジメチルホルムアミド、テトラヒドロフランおよびジオキサンからなる群から選ばれた少なくとも1つであることを特徴とする請求の範囲第9項に記載の研磨材スラリー。

15. 11. 研磨材スラリーは、そのpHが10より大きいことを特徴とする請求の範囲9項に記載の研磨材スラリー。

20. 12. 研磨材濃度20質量%の研磨材スラリーは、20℃における電気伝導度が2 mS / cm以上であることを特徴とする請求の範囲第9項～11項のいずれか1項に記載の研磨材スラリー。

13. 研磨材濃度20質量%の研磨材スラリーは、20℃における電気伝導度が3 mS / cm以上であることを特徴とする請求の範囲第9項～11項のいずれか1項に記載の研磨材スラリー。

25. 14. 更に界面活性剤を含むことを特徴とする請求の範囲第9項～13項のいずれか1項に記載の研磨材スラリー。

15. 界面活性剤は、アニオン系界面活性剤およびノニオン系

界面活性剤からなる群から選ばれた少なくとも一種であることを特徴とする請求の範囲第 14 項に記載の研磨材スラリー。

16. アニオン系界面活性剤は、カルボン酸塩、スルホン酸塩、硫酸エステル塩、リン酸エステル塩の低分子の化合物および高分子型化合物からなる群から選ばれた少なくとも一種であることを特徴とする請求の範囲第 15 項に記載の研磨材スラリー。

17. ノニオン系界面活性剤は、ポリオキシエチレンアルキルフェノールエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテルおよびポリオキシエチレン脂肪酸エステルからなる群から選ばれた少なくとも一種であることを特徴とする請求の範囲 15 項に記載の研磨材スラリー。

18. 研磨材スラリーは、リン酸塩、セルロースエーテル類および水溶性高分子からなる群のうち少なくとも 1 つを含むことを特徴とする請求の範囲第 9 項～17 項のいずれか 1 項に記載の研磨材スラリー。

19. 請求の範囲第 9 項～18 項のいずれか 1 項に記載の研磨材スラリーを乾燥させる工程と粉砕する工程とを含むことを特徴とする研磨材の製造方法。

20. 研磨材スラリーの乾燥工程に、媒体流動乾燥機または噴霧乾燥機を用いることを特徴とする請求の範囲第 19 項に記載の研磨材の製造方法。

21. 乾燥工程を、研磨材スラリーを媒体流動乾燥機の媒体流動層中に供給する方法、または噴霧乾燥機の熱風中に噴霧する方法により行うことを特徴とする請求の範囲第 20 項に記載の研磨材の製造方法。

22. 請求の範囲第 9 項～18 項のいずれか 1 項に記載の研磨材スラリーを用いた被研磨材の研磨方法。

23. 被研磨材が、光学レンズ用ガラス基板、光ディスク用ガラス基板、プラズマディスプレイ用ガラス基板、液晶用ガラス基板、液晶テレビ用からフィルターおよびLSIフォトマスク用ガラス基板からなる群から選ばれた1つであることを特徴とする請求の範囲第22項に記載の研磨方法。

24. 被研磨材が、磁気ディスク用ガラス基板であることを特徴とする請求の範囲第22項に記載の研磨方法。

25. 表面粗さ(Ra)が4.7オングストローム以下であり、潜傷の相対本数が55本以下であることを特徴とする磁気ディスク用ガラス基板。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/10850

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C09K3/14, B24B37/00, B24B57/02, G11B5/84, G11B7/26

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C09K3/14, B24B37/00-37/04, B24B57/02, G11B5/84-5/858, G11B7/26

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 941973 A2 (Hoya Corporation), 15 September, 1999 (15.09.1999), tables 8, 9 & US 6294490 B1 & JP 2000-169184 A	25
X Y	JP 2000-163740 A (Kabushiki Kaisha Mitsui Kinzoku Precision), 16 June, 2000 (16.06.2000), Claims; Par. Nos. [0009], [0013], [0014]; working example (Family: none)	25 14-18
X Y A	JP 8-252766 A (Fuji Electric Co., Ltd.), 01 October, 1996 (01.10.1996), Claims; working example (Family: none)	1, 3-13, 19-24 14-18 2
PX PA	US 20010017007 A1 (Kao Corporation), 30 August, 2001 (30.08.2001), Claims; working example & JP 2001-288455 A	1-6, 8-25 7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
25 February, 2002 (25.02.02)Date of mailing of the international search report
05 March, 2002 (05.03.02)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/10850

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	JP 2001-323254 A (Kao Corporation), 22 November, 2001 (22.11.2001), Claims; Par. Nos. [0021], [0028], [0031] to [0033], [0037]; working example (Family: none)	1-25
PX PA	JP 2001-62705 A (Sumitomo Chemical Company, Limited), 13 March, 2001 (13.03.2001), Claims; working example (Family: none)	1-6 7-25

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/10850

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

(See extra sheet.)

1. ☒ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
☒ No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/10850

Continuation of Box No.II of continuation of first sheet(1)

The invention of claim 1 relates to an "abrasive the ratio of D95 and D50 of which lies in a specific range".

The invention of claim 2 relates to an "abrasive having D95 in a specific proportion and containing 1 or less mass% of coarse grains more than 10 times larger than D50".

The inventions of claims 3-24 refer to claim 1 or 2 and relate to an abrasive, its manufacturing method, and a grinding method.

The invention of claim 25 relates to a glass substrate for a magnetic disc in which the surface roughness and the relative number of latent scratches are specified.

The technical feature common to claims 1 and 2 is to specify D95 (namely, "the cumulative average of D95 is around 100") and a value concerning D50. However the search has revealed that this specifying ("the cumulative average of D95 is around 100") is not novel since it is disclosed in document JP 8-252766 A (Fuji Electric Co., Ltd.) October 1, 1996 (01.10.1996). Consequently, the common feature is not a special technical feature under PCT Rule 13.2.

There is no other feature common to all claims 1-25 which can be considered as a special technical feature.

Therefore the number of inventions of the application is three: the invention of claim 1, the invention of claim 2, and invention of claim 25. Consequently, there is no special technical feature common to all the claims, and these inventions of claims 1 to 25 are not so linked as to form a single general inventive concept.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C09K3/14, B24B37/00, B24B57/02, G11B5/84,
G11B7/26

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C09K3/14, B24B37/00-37/04, B24B57/02,
G11B5/84-5/858, G11B7/26

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	EP 941973 A2 (ホーヤ株式会社), 1999.09. 15, 表8, 表9 & US 6294490 B1 & JP 2000- 169184 A	25
X Y	JP 2000-163740 A (株式会社三井金属プレシジョン), 2000.06.16, 特許請求の範囲, 段落番号(0009), (0013), (0014), 実施例 (ファミリーなし)	25 14-18

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

25.02.02

国際調査報告の発送日

05.03.02

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

井上 千弥子



4V

9356

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

C (続き). 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y A	JP 8-252766 A (富士電機株式会社), 1996. 1 0. 01, 特許請求の範囲, 実施例 (ファミリーなし)	1, 3-13, 19-24 14-18 2
PX PA	US 20010017007 A1 (花王株式会社), 200 1. 08. 30, 特許請求の範囲, 実施例 & JP 2001-28 8455 A	1-6, 8-25 7
PX	JP 2001-323254 A (花王株式会社), 2001. 11. 22, 特許請求の範囲, 段落番号(0021), (0028), (0031)- (0033), (0037), 実施例 (ファミリーなし)	1-25
PX PA	JP 2001-62705 A (住友化学工業株式会社), 20 01. 03. 13, 特許請求の範囲, 実施例 (ファミリーなし)	1-6 7-25

第 I 欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第 1 ページの 2 の続き)

法第 8 条第 3 項 (PCT 17 条(2)(a)) の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求の範囲 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. ☐ 請求の範囲 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求の範囲 _____ は、従属請求の範囲であって PCT 規則 6.4(a) の第 2 文及び第 3 文の規定に従って記載されていない。

第 II 欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第 1 ページの 3 の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

特別ページ参照

1. ☒ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☐ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。
- ☒ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。

(第II欄の続き)

請求の範囲1は、「D95とD50の比が特定の範囲にある研磨材」であり、

請求の範囲2は、「D95が特定の範囲であり、かつ、D50の10倍を越える粗大粒子を1質量%以下で含む研磨材」であり、

請求の範囲3～24は、上記請求の範囲1または2を引用した研磨材、その製造方法または研磨方法の発明であり、

請求の範囲25は、表面粗さと潜傷の相対本数が特定された磁気ディスク用ガラス基板の発明であると認められる。

上記請求の範囲1と2に共通の事項は、D95（すなわち「累積平均が100に近い値」）とD50に関連する値を特定した点にあるが、調査の結果、当該共通事項は、文献JP 8-252766 A（富士電機株式会社）1996. 10. 01に開示されているから（D90は「累積平均が100に近い値」である）、新規なものではなく、PCT規則13. 2における特別な技術的特徴であると認めることができない。

また、請求の範囲1～25には、その他に上記特別な技術的特徴となりうる共通の事項が存在するとも認められない。

したがって、本件の発明の数は、請求の範囲1記載の発明と、請求の範囲2記載の発明と、請求の範囲25記載の発明の3つであり、請求の範囲全てに共通する特別な技術的特徴は認められず、請求の範囲1～25が、単一の一般的発明概念を形成するように連関している一群の発明であると認めることができない。

THIS PAGE BLANK (USPTO)